(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A) (11)特許出願公開番号

特開平8-325127

(43)公開日 平成8年(1996)12月10日

(51) Int.Cl.6 A 6 1 K 7/16

識別記号 庁内整理番号 FΙ

技術表示箇所

9/50

(21)出願番号

A 6 1 K 7/16 9/50

Н

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全 7 頁)

(22)出願日 平成7年(1995)6月1日

特願平7-158610

(71)出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72)発明者 佐野 浩史

千葉県千葉市花見川区幕張本郷6-12-12

-202

(72)発明者 石黒 敬二

埼玉県久喜市青葉1-1-28-402

(72)発明者 宇野 大介

千葉県千葉市緑区誉田町 3-76-13-507

(74)代理人 弁理士 小島 隆司

(54) 【発明の名称】 口腔用組成物

(57)【要約】

【目的】 製剤中で親油性成分の活性が安定に維持し得 る上、異物感や親油性成分由来の油っぽさ、ネバネバ感 がなく使用感に優れた親油性成分を含有する口腔用組成 物を得る。

【構成】 親油性成分を寒天で包埋した親油性成分包埋 寒天粒子を配合する。

•7

1

【特許請求の範囲】

ď١

【請求項1】 親油性成分を寒天で包埋した親油性成分 包埋寒天粒子を含有してなることを特徴とする口腔用組 成物。

【請求項2】 親油性成分包埋寒天粒子の平均粒径が200~7000μmである請求項1記載の口腔用組成物。

【請求項3】 親油性成分包埋寒天粒子の崩壊荷重が 0.5~100g/個である請求項1又は2記載の口腔 用組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、製剤中で親油性成分の 活性が安定に維持され得ると共に、良好な使用感を有す る親油性成分を含有する口腔用組成物に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、 歯磨剤等の口腔用組成物には、親油性成分として嗜好性 を高めるための香料をはじめ、薬用成分としてビタミン E、殺菌剤としてトリクロサン、イソプロピルメチルフ 20 ェノール等が配合される。しかし、これら親油性成分 は、歯磨中の研磨剤、界面活性剤、容器表面等へ吸着し たり、取り込まれ易く、このためその効果が減少し、十 分な効果が発揮されないという問題があった。

【0003】一方、ゼラチンやプルランなどの食用高分子化合物をベースとする厚さ0.03mm~0.6mm程度の被膜内に油脂製品を内包した直径0.5mm~10cm位の形状のカプセルが、医薬品のみならず健康食品、一般加工品、化粧品等の分野で用いられてきた。上記カプセルは、油状物に対してその一回の使用量、摂取30量を正確に個別に分包し得る上、可食性で安全性、安定性が高く、密封容器としての性能を有しており、現時点ではこれら機能を有する唯一の油脂食品の加工技術と考えられている。

【0004】そこで、上記親油性成分を歯磨剤等の口腔 用組成物に安定に配合する手段として、上記のようなカ プセルを利用する方法が考えられる。

【0005】しかしながら、上記カプセルは、その被膜が水溶性という制限上、歯磨剤等の口腔用組成物に配合した場合、室温においても経時により被膜が膨潤、溶解 40 し、内容物が放出され、たとえ被膜を厚くしても歯磨剤等の口腔用組成物に配合する界面活性剤により被膜の崩壊、劣化が確実に進行し、長期の安定性を維持することは困難であった。

【0006】更に、上記カプセルの被膜表面をワックス、エチルセルロース等の水不溶性成分で被覆すると、配合時の安定性は改善するものの、カプセルが硬く、かつ崩壊性に劣るため、これを配合した口腔用組成物は使用時に異物感があり、使用感に劣るという問題があった。

【0007】また、口腔用組成物に顆粒剤やカプセルを配合し、種々の機能を付与した口腔用組成物が提案されている。例えば顆粒に色素を配合し、ブラッシング時に色素を顕出させて歯磨終了時のインジケーターを目的としたもの(特開昭60-16913号公報記載)、コーティング物質で被覆した顆粒状呈味成分と顆粒状歯磨ペースを混合し、歯磨中の味の変化を目的としたもの(特開昭62-116505号公報記載)、顆粒に薬効成分を配合し、薬剤の安定化を図ったもの(特開昭48-109738号、同49-132249号、同55-153709号、特開平3-271215号公報記載)、歯垢除去を目的としたもの(特開平1-299211号、同4-243816号公報記載)などが提案されている。

2

【0008】しかし、上記した顆粒剤やカブセルは、親油性成分を包埋することが困難であり、たとえ親油性成分を一時的に包埋できたとしても、口腔用組成物に配合すると界面活性剤、香料成分等により被膜が脆弱となり、速やかに親油性成分を放出してしまうと共に、異物感等の使用上の問題がある。

【0009】従って、口腔用組成物に親油性成分をその 活性を安定に維持しつつ配合し、その使用感をも良好に 保持する技術の開発が望まれていた。

【0010】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、製剤中で親油性成分の活性が安定に維持され得る上、使用感に優れた親油性成分を含有する口腔用組成物を提供することを目的とする。

[0011]

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、親油性成分を寒天で包埋した親油性成分包埋寒天粒子、好ましくはその平均粒径が200~7000μm、更に崩壊荷重が0.5~100g/個であるものを口腔用組成物に配合した場合、親油性成分包埋寒天粒子が膨潤したり、その寒天被膜が破壊されることなく安定に配合され、かかる親油性成分の溶出性も低く、親油性成分の活性が安定に維持される上、上記親油性成分包埋寒天粒子は配合時の異物感、更には油っぽさ、ネパネパ感もなく、使用感に優れた口腔用組成物が得られることを知見し、本発明をなすに至った。

「【0012】従って、本発明は、親油性成分を寒天で包埋した親油性成分包埋寒天粒子を含有してなることを特徴とする口腔用組成物を提供する。

【0013】以下、本発明につき更に詳細に説明すると、本発明の口腔用組成物としては、練歯磨、液状歯磨、液体歯磨等の歯磨類、歯肉マッサージクリーム、ペースト状の局所塗布剤などが挙げられるが、特にペースト状態様で使用されるもので、親油性成分を寒天で包埋した親油性成分包埋寒天粒子を含有してなるものである。

50 【0014】上記口腔用組成物において、配合される親

3

油性成分は特に制限されず、通常配合される親油性成分 を使用することができ、例えば香料成分、油溶性ビタミ ン、親油性殺菌剤、親油性色素等が挙げられる。具体的 に香料成分としては、メントール、アネトール、カルボ ン、オイゲノール、リモネン、n - デシルアルコール、 シトロネロール、α-テルピネオール、シトロネリルア セテート、シネオール、リナロール、エチルリナロー ル、ワニリン、チモール、スペアミント油、ペパーミン ト油、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー 油、桂皮油、ピメント油、桂葉油、シソ油、冬緑油、丁 10 字油、ユーカリ油等が例示される。

【0015】また、香料成分以外の親油性成分として具 体的には、ピタミンE、ピタミンD、ピタミンA、レシ チン、β-カロチン、DHA (ドコサヘキサエン酸)、 EPA(エイコサペンタエン酸)、肝油、スクワレン、 中鎖脂肪酸トリグリセライド、食物油等、トリクロサ ン、イソプロピルメチルフェノール、ピサボロール等の 親油性殺菌剤などが例示される。なお、これら親油性成 分は、1種を単独で配合しても、あるいは2種以上を組 み合わせて配合してもよい。

【0016】更に、寒天粒子には、必要に応じて単独で 又は上記親油成分と共に親油性の色素、着色成分を配合 し得、例えば赤色215号、赤色225号、黄色204 号、黄色205号、緑色202号、紫色201号、銅ク ロロフィル、 β - カロチン等を単独で又は2種以上を併 用して包埋することができ、これら色素、着色成分を配 合することで視認性向上、インジケーター効果の付与及 び外観等の調整が可能である。

【0017】本発明において、上記親油性成分を寒天で 包埋する方法としては、例えば滴下法(特公昭51-8 30 875号、同53-1067号、特開平4-45753 号公報参照)等の公知の方法を選択できるが、同様な寒 天粒子を製造できるものであればこれに限定されるもの ではない。

【0018】また、上記親油性成分包埋寒天粒子の粒度 は、平均粒径が200~7000 µm、特に500~3 000μmの範囲であることが望ましい。平均粒径が2 00μmより小さいと、粒子強度の低下、親油性成分配 合量の低下、被膜表面積の増大に伴う空気酸化の増大等 の問題が生じる場合があり、7000μmより大きい 40 と、口腔用組成物に配合したとき異物感を生じたり、油 っぽさを感じるという問題がある。

【0019】更に、親油性成分包埋寒天粒子の被膜強度 は、例えばサン科学社製SUN RHEO METER Model CR-200Dを用いて測定するとき、 水に浸潤状態で粒子の1個を2枚の硬質表面の間隔に置 き、これを荷重速度3mm/分の速度で圧縮した場合、 崩壊荷重が0.5~100g/個、特に1~70g/個 の範囲において崩壊し、内容物を放出する範囲が好適で

分が組成物中で容易に溶出してしまったり、組成物製造 時に粒子が破壊してしまう場合があり、100g/個を 越えると口腔用組成物に配合したときに異物感が感じら れ、ブラッシングによっても全く分解せず、使用感に劣 る場合がある。

【0020】本発明組成物において、上記親油性成分包 埋寒天粒子の粒子の配合割合は、組成物全体の0.01 ~10%(重量%、以下同様)、特に0.05~10% とすることが望ましく、0.01%未満では包埋した親 油性成分の効果が十分に発揮されない場合があり、10 %を越えると良好な使用感が得られない場合がある。

【0021】本発明の口腔用組成物には、上述した成分 に加えて更にその目的、組成物の種類等に応じた適宜な 成分を常用量で配合することができる。

【0022】例えば歯磨類の場合には、第2リン酸カル シウム・2水和物及び無水物、第1リン酸カルシウム、 第3リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カ ルシウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、無水ケイ 酸、ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウ ム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、硫酸 カルシウム、ポリメタクリル酸メチル、ベントナイト、 ケイ酸ジルコニウム、その他の合成樹脂等の1種又は2 種以上を配合し得る(通常配合量5~60%)。

【0023】また、練歯磨等のペースト状組成物の場合 には、粘結剤としてカラゲナン、カルボキシメチルセル ロースナトリウム、メチルセルロース、ヒドロキシエチ ルセルロース、カルポキシメチルヒドロキシエチルセル ロースナトリウム等のセルロース誘導体、キサンタンガ ム、トラガントガム、カラヤガム、アラピアガム等のガ ム類、ポリピニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウ ム、カルポキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドン 等の合成粘結剤、シリカゲル、アルミニウムシリカゲ ル、ビーガム、ラポナイト等の無機質粘結剤の1種又は 2種以上を配合し得る(通常配合量0.2~5%)。

【0024】更に、歯磨類などのペースト状や液状口腔 用組成物には、粘稠剤としてソルビット、グリセリン、 エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプ ロピレングリコール、キシリトール、マルチトール、ラ クチトールなどの1種又は2種以上を配合し得る(通常 配合量10~80%)。

【0025】本発明組成物には、必要により、寒天粒子 に包埋させない状態でメントール、アネトール、カルボ ン、オイゲノール、リモネン、nーデシルアルコール、 シトロネロール、α-テルピネオール、シトロネリルア セテート、シネオール、リナロール、エチルリナロー ル、ワニリン、チモール、スペアミント油、ペパーミン ト油、レモン油、オレンジ油、セージ油、ローズマリー 油、桂皮油、ピメント油、桂葉油、シソ油、冬緑油、丁 ある。崩壊荷重が0.5g/個未満の粒子は、親油性成 50 字油、ユーカリ油等の香料を単独で又は2種以上を組み

合わせて配合し得る(通常配合量0.1~2%)他、サ ッカリンナトリウム、ステピオサイド、ネオヘスペリジ ルジヒドロカルコン、グリチルリチン、ペリラルチン、 ソーマチン、アスパラチルフェニルアラニンメチルエス テル、p-メトキシシンナミックアルデヒドなどの甘味 剤などを配合し得る(通常配合量0.01~1%)。

【0026】なお、本発明においては、有効成分として 本発明の効果を妨げない範囲でデキストラナーゼ、ムタ ナーゼ、リゾチーム、アミラーゼ、プロテアーゼ、溶菌 酵素、スーパーオキサイドディムスターゼ等の酵素、モ 10 ノフルオロリン酸ナトリウム、モノフルオロリン酸カリ ウム等のアルカリ金属モノフルオロフォスフェート、フ ッ化ナトリウム、フッ化第1錫等のフッ化物、トラネキ サム酸、イプシロンアミノカプロン酸、アルミニウムク ロルヒドロキシアラントイン、ジヒドロコレスタノー ル、グリチルリチン酸類、グリチルレチン酸類、ビサボ ロール、イソプロピルメチルフェノール、グリセロホス フェート、クロロフィル、グルコン酸銅、塩化ナトリウ ム、水溶性無機リン酸化合物、トリクロサン、セチルピ リジニウムクロライド、塩化ベンザルコニウム、塩化ベ 20 号、赤色225号、赤色226号、黄色4号、黄色5 ンゼトニウム等などの有効成分の1種又は2種以上を配 合し得る。なお、有効成分の配合量は、本発明の効果を 妨げない範囲で通常量とすることができる。

【0027】また、界面活性剤としては、アニオン界面 活性剤、ノニオン界面活性剤、両性イオン界面活性剤を 用いることができる。アニオン界面活性剤としては、ラ ウリル硫酸ナトリウム、ミリスチル硫酸ナトリウム等の アルキル硫酸ナトリウム、N-ラウロイルザルコシン酸 ナトリウム、N-ミリストイルザルコシン酸ナトリウム 等のN-アシルザルコシン酸ナトリウム、ドデシルベン 30 ゼンスルホン酸ナトリウム、水素添加ココナッツ脂肪酸 モノグリセリドモノ硫酸ナトリウム、ラウリルスルホ酢 酸ナトリウム、N-パルミトイルグルタミン酸ナトリウ ム等のN-アシルグルタミン酸塩、N-メチル-N-ア シルタウリンナトリウム、N-メチル-N-アシルアラ ニンナトリウム、α-オレフィンスルホン酸ナトリウム などが用いられる。

【0028】ノニオン界面活性剤としては、ショ糖脂肪 酸エステル、マルトース脂肪酸エステル、ラクトース脂 防酸エステル等の糖脂肪酸エステル、マルチトール脂肪 40 酸エステル、ラクチトール脂肪酸エステル等の糖アルコ ール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルピタンモ **ノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステ** アレート等のポリオキシエチレンソルピタン脂肪酸エス テル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油等のポリオキシ エチレン脂肪酸エステル、ラウリン酸モノ又はジエタノ ールアミド、ミリスチン酸モノ又はジエタノールアミド 等の脂肪酸ジエタノールアミド、ソルビタン脂肪酸エス テル、ポリオキシエチレン高級アルコールエーテル、ポ リオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体、ポリ 50 粒子内容液: ビタミンE, スクワレン

オキシエチレンポリオキシプロピレン脂肪酸エステルな どが用いられる。

【0029】両性イオン界面活性剤としては、N-ラウ ロイルジアミノエチルグリシン、N-ミリスチルジアミ **ノエチルグリシン等のN-アルキルジアミノエチルグリ** シン、N-アルキル-N-カルポキシメチルアンモニウ ムペタイン、2-アルキル-1-ヒドロキシエチルイミ ダゾリンペタインナトリウムなどが用いられる。

【0030】この場合、界面活性剤としては、アニオン 界面活性剤が好適に使用され、更に望ましくはラウリル 硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸ナトリウムが用いられ

【0031】なお、これら界面活性剤はその1種を単独 で用いても2種以上を併用しても差し支えない。また、 界面活性剤の配合量は、通常組成物全体の0.01~5 %、特に0.05~3%が好ましい。

【0032】本発明組成物は、色素、着色剤を配合、染 色することができる。この場合、色素、着色剤としては 種々のものが用いられるが、例えば赤色2号、赤色3 号、黄色205号、青色1号、青色2号、青色201 号、青色204号、緑色3号、雲母チタン、酸化チタン 等が好適に用いられる。なお、上記成分のうち油溶性成 分は寒天に包埋して用いることができるが、その一部を 包埋せずに配合してもよい。

[0033]

【発明の効果】本発明の口腔用組成物は、配合した親油 性成分の活性が安定に維持される上、異物感や油っぽ さ、ネバネバ感がなく使用感に優れているもので、各種 剤型に調製して幅広く使用することができる。

[0034]

【実施例】以下、実験例及び実施例を挙げて本発明を具 体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるも のではない。なお、各例中の%はいずれも重量%であ

【0035】 (寒天粒子製造例1) 下記の配合例により メントール配合寒天粒子A(平均粒径1000μm、崩 壊荷重10g/個)500gを滴下法にて製造した(特 開平1-193216号公報、例5の方法による、以下 同様)。また、比較のため、同様にして平均粒径150 μm、崩壊荷重10g/個の寒天粒子A'を製造した。 粒子内容液:メントール、中鎖脂肪酸トリグリセライ ド、緑色202号

粒子被膜 :寒天,グリセリン,水

【0036】 (寒天粒子製造例2) 下記の配合例により ビタミンE配合の寒天粒子B(平均粒径2000μm、 崩壊荷重30g/個)1kgを滴下法にて製造した。ま た、比較のため、同様にして平均粒径8000 um、崩 壊荷重30g/個の寒天粒子B'を製造した。

【0038】 〔寒天粒子製造例4〕 下記の配合例により

レモン油配合の寒天粒子D (平均粒径1000μm、崩

壊荷重15g/個) 300gを滴下法にて製造した。ま

た、比較のため、同様にして平均粒径1000μm、崩

粒子内容液:レモン油、中鎖脂肪酸トリグリセライド、

壊荷重165g/個の寒天粒子D'を製造した。

粒子被膜 :寒天,グリセリン,水

【0039】〔実施例1、比較例1〕

銅クロロフィル

粒子被膜 :寒天, グリセリン, 水

【0037】〔寒天粒子製造例3〕下記の配合例により イソプロピルメチルフェノール配合の寒天粒子C(平均 粒径1500μm、崩壊荷重5g/個) 500gを滴下 法にて製造した。また、比較のため、同様にして平均粒 径1500μm、崩壊荷重0.4g/個の寒天粒子C' を製造した。

粒子内容液:イソプロピルメチルフェノール、中鎖脂肪

酸トリグリセライド

粒子被膜 :寒天,グリセリン,水

グリセリン,水 10	
製造例1で調製した寒天粒子A又はA'	2 %
無水ケイ酸	1 6
プロピレングリコール	3
ソルピット液(60%)	2 5
カルボキシメチルセルロース	1
サッカリンナトリウム	0. 1
ラウリル硫酸ナトリウム	1. 0
香料	1. 0
水	パランス
at	100.0%

【0040】〔実施例2、比較例2〕

製造例2で調製した寒天粒子B又はB'	1 %
水酸化アルミニウム	3 5
プロピレングリコール	2
グリセリン(85%)	2 2
カルボキシメチルセルロース	1
トラネキサム酸	0.01
サッカリンナトリウム	0.1
ラウリル硫酸ナトリウム	1. 5
香料	1. 1
水	パランス
計	100.0%

【0041】〔実施例3、比較例3〕

製造例3で調製した寒天粒子C又はC'	0.5%
第2リン酸カルシウム・二水和物	4 5
グリセリン(85%)	1 9
キサンタンガム	0.6
ポリアクリル酸ナトリウム	0.4
サッカリンナトリウム	0. 2
ラウリル硫酸ナトリウム	1. 3
香料	0. 9
水	
計	100.0%

【0042】 [実施例4、比較例4]

製造例4で調製した寒天粒子D又はD'	1. 5%
グリセリン(85%)	2 2
ソルピット液 (60%)	4 9
ポリエチレングリコール	3
キサンタンガム	0. 1
ポリアクリル酸ナトリウム	0.6

9

サッカリンナトリウム ラウリル硫酸ナトリウム 香料 水 計

1. 5 1. 0 パランス 100.0%

0. 2

【0043】上記口腔用組成物(実施例1~4、比較例 1~4) を調製後、各温度条件下(25℃、40℃、5 0℃) でアルミラミネートチュープに保存し、配合され た粒子の経時的安定性(1~3ヵ月)及び使用感を以下 の基準に従い評価した。結果を表1に示す。

粒子の外観 ○:配合時と同等で変化なし

△:粒子が膨潤している

×:粒子の被膜が一部破壊されている

〇:良好な使用感

△:やや異物感あり、やや油っぽい、ややネバネバ感あ

×:異物感あり、油っぽい、ネパネパ感あり

親油性成分の溶出性

口腔用組成物中から寒天粒子50粒を採取し、メタノー ル3m1を加え、ガラスホモジナイザーで粒子被膜を粉 20 リル化シリカゲルを充填する。 砕し、内容物を十分に分散させた。これに下記に示す通 りの内部標準物質3m1を加え、正確に10m1とし、 下記の条件で測定し、粒子内の親油成分の溶出性を評価 した。結果を表1に示す。

【0044】測定条件:

①実施例1、比較例1:メントールを指標とし、以下の 条件で測定した。

内標準溶液:プロピオン酸ペンジルのメタノール溶液 $(2. 5 \rightarrow 100)$

検出器: 水素炎イオン化検出器

内径約2mm、長さ約2mのガラス管にポ リエチレングリコール (PEG 20M) を酸処理及び ジメチルクロロシラン処理した150~180μmのガ スクロマトグラフ用珪藻土に10%の割合で被覆したも

カラム温度:130℃付近の一定温度 注入部温度:240℃付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量: メントールの溶出時間が約11~13分に なるように調整する。

【0045】②実施例2、比較例2:ピタミンEを指標 とし、以下の条件で測定した。

内標準溶液:エルゴカルシフェロールのメタノール溶液 $(1 \rightarrow 80000)$

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長:284nm)

内径約4mm、長さ約15cmのステンレ カラム: ス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシ リル化シリカゲルを充填する。

10

カラム温度:室温

10 移動相: メタノール

> ピタミンEの保持時間が約10分前後にな 流量: るように調整する。

【0046】③実施例3、比較例3:イソプロピルメチ ルフェノールを指標とし、以下の条件で測定した。

内標準溶液:パラオキシ安息香酸イソアミルのメタノー ル溶液(1→125000)

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長:280 nm) 内径約4mm、長さ約15cmのステンレ カラム: ス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシ

カラム温度:45℃付近の一定温度

移動相: 水:アセトニトリル:氷酢酸混液(60: 40:1)

流量: イソプロピルメチルフェノールの保持時間 が約16分前後になるように調整する。

【0047】④実施例4、比較例4:リモネンを指標と し、以下の条件で測定した。

内標準溶液:プロピオン酸ペンジルのメタノール溶液 $(2. 5 \rightarrow 100)$

30 検出器: 水素炎イオン化検出器

> カラム: 内径約2mm、長さ約2mのガラス管にポ リエチレングリコール (PEG 20M) を酸処理及び ジメチルクロロシラン処理した $150~180~\mu$ mのガ スクロマトグラフ用珪藻土に10%の割合で被覆したも Ø.

カラム温度:130℃付近の一定温度 注入部温度:240℃付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量: リモネンの溶出時間が約11~13分にな **40** るように調整する。

【0048】溶出率(%)=[1-(粒子50個中に残 存した親油成分量/製剤に配合した粒子50個中の親油 成分量)] ×100

[0049]

【表1】

			1 ヵ月		2 + 月			3ヵ月			
			25℃	40℃	50°C	25℃	40℃	50°C	25℃	40℃	50°C
実施例 1	粒径: 1000 μ m 崩壊荷宜: 10g/個	外 粗	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		使用感	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		溶出率 (%)	0.8	1.4	2.5	1.4	2.7	2.9	2.4	3.4	4.9
比	粒径:	外観	Δ	Δ	×	×	×	×	×	×	×
上較例1	150 μ m 崩壊荷重:	使用感	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1	10g/個	溶出率 (%)	20.7	27.8	29.1	27.5	31.2	36.4	34.7	44.0	54.1
惠	粒径: 2000μm	外觀	0	0	0	0	0	0	0	0	0
実施例2	2000 μ m 崩壊荷重:	使用感	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	30g/個	溶出率 (%)	1.1	1.4	2.0	2.0	2.1	3.1	4.0	4.2	5.2
比	粒径: 8000 μ m 崩壊荷重: 30g/個	外觀	0	0	0	0	0	Δ	Δ	Δ	Δ
比較例2		使用感	×	×	×	×	×	×	×	×	×
2		溶出率 (%)	1.8	1.8	5.7	3.2	8.2	9.7	9.1	10.4	20.2
実	拉径:	外観	0	0	0	0	0	0	0	0	0
実施例3	1500 μ m 崩壊荷重:	使用感	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3	5g/個	務出率 (%)	0.4	1.9	2.7	1.9	3.7	4.2	2.8	4.5	4.9
胜	拉径:	外観	Δ	Δ	×	Δ	×	×	Δ	×	×
比較例3	1500 μ m 崩壊荷重:	使用感	Δ	×	×	Δ	×	×	×	×	×
L	0.4g/個 	路出路(%)	8.5	9.9	14.0	22.7	24.1	33.4	29.5	37.2	41.8
実施例4	粒径: 1000μm 崩壊荷重: 16g/個	外観	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		使用感	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		落出率 (%)	1.5	2.5	3.0	5.7	8.2	10.4	9.5	10.1	19.8
比較例4	粒径: 1000 μ m 崩壊荷重:	外観	0	0	0	0	0	0	0	0	0
		使用感	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	165g/個	溶出率 (%)	1.3	1.4	2.1	4.8	6.9	9.4	12.5	13.4	13.8

製造例1で調製した寒大粒子	4 %
グリセリン(85%)	10.0
エタノール	5. 0
ポリオキシエチレン(60モル)硬化ヒマシ油	0.1
ショ糖モノパルミテート	0. 2
サッカリンナトリウム	0.1
香料	0.6
水	パランス
計	100 0%